

DERWENT- 1992-353887

ACC-NO:

DERWENT- 200124

WEEK:

COPYRIGHT 2006 DERWENT INFORMATION LTD

TITLE: Improved method for clarifying suspension for food or chemical industry - by applying high pressure to suspension before or during sepn. in clarification treatment

PRIORITY-DATA: 1991JP-0035037 (February 6, 1991)

PATENT-FAMILY:

PUB-NO	PUB-DATE	LANGUAGE	PAGES	MAIN-IPC
JP 04256405	A September 11, 1992	N/A	004	B01D 021/28
JP 3157528	B2 April 16, 2001	N/A	004	B01D 021/28

INT-CL (IPC): B01D021/28, C08B037/00 , C12P019/04

ABSTRACTED-PUB-NO: JP 04256405A

BASIC-ABSTRACT:

Method comprises impressing high pressure onto suspension before or during the sepn. of the suspension in clarification treatment of the suspension. Pref., the high pressure is 300 MPa's or more, and the suspension is an extract of polysaccharides, extract of biomass or extract of milk whey.

Pref., the high pressure causes dissociation, recombination or coagulation of suspended matters, resulting in acceleration of sedimentation or filtration of suspended matters.

USE/ADVANTAGE - Method can be applied to clarification treatment in the field of food, medicine or chemical industries. Sepn. efficiency of suspension, particularly suspension contg insol. salt cpd. can be improved, and high clarification can be obt'd. w.r.t. the method

Basic Abstract Text - ABTX (1):

Method comprises impressing high pressure onto suspension before or during the sepn. of the suspension in clarification treatment of the suspension. Pref., the high pressure is 300 MPa's or more, and the suspension is an extract of polysaccharides, extract of biomass or extract of milk whey.

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平4-256405

(43) 公開日 平成4年(1992)9月11日

(51) Int.Cl.⁵

識別記号

庁内整理番号

F I

技術表示箇所

B 0 1 D 21/28

Z 6525-4D

審査請求 未請求 請求項の数 3 (全 4 頁)

(21) 出願番号 特願平3-35037

(22) 出願日 平成3年(1991)2月6日

(71) 出願人 000006699

雪印乳業株式会社

北海道札幌市東区苗穂町6丁目1番1号

(72) 発明者 青江 誠一郎

埼玉県狭山市新狭山2丁目8番地9の406

(72) 発明者 小田 泰士

埼玉県川越市新宿町5丁目11番3号

(72) 発明者 巽 清

埼玉県人間市大字野田982番地2

(74) 代理人 弁理士 若林 忠

(54) 【発明の名称】 懸濁液の清澄化改良法

(57) 【要約】

【構成】 懸濁液、特に不溶性塩類複合物の懸濁液を液固分離処理し清澄化する前に、懸濁液を300MPa以上の圧力で高圧処理する。

【効果】 液固分離の効率が向上し清澄度の高い溶液を得る。

【特許請求の範囲】

【請求項1】 不溶性化合物の懸濁液からろ過または沈降分離により懸濁物を分離する懸濁液の清澄化処理において、懸濁物分離前あるいは分離中に懸濁液を高圧処理することにより分離効率を向上させることを特徴とする懸濁液清澄化改良法。

【請求項2】 高圧処理の圧力が300MPa以上である請求項1に記載の清澄化改良法。

【請求項3】 懸濁液が、多糖類抽出物、菌体抽出物あるいは乳ホエーである請求項1に記載の清澄化改良法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【産業上の利用分野】本発明は、懸濁液中の懸濁物を分離し清澄化する方法において、その効率を向上させる方法に関する。本技術は食品分野、医薬品分野、さらに化学工業分野における溶液清澄化操作に適用できるものである。

【0002】

【従来の技術】従来より、分離操作は製品の分離、有用成分の回収、不有用成分の除去などを目的として実施されており、重要な操作の1つである。一般に分離操作には蒸留などの相変化を伴うものも含まれるが、ここでは流体と粉体との分離について述べる。

【0003】液固分離には、大きく分けて、ろ過によるものと沈降分離によるものがあり、後者には遠心分離も含まれる。その中で取り扱われる粉体の種類、濃度、粒度、等の条件は非常に広範囲に及んでおり、使用される装置の種類、構造も極めて多種多様である。

【0004】具体例を挙げれば、ろ過には定圧ろ過、定速ろ過、変圧変速ろ過、連続ろ過、遠心ろ過等、沈降には重力式湿式分級、遠心分級、沈降濃縮等がある。いずれも粒子群の粒径及び沈降速度に基づいて液体から分離するものである。

【0005】

【発明が解決しようとする課題】しかしながら、懸濁物（粒子）の性状によっては上述の手段を用いても分離が困難又は不十分な場合がある。即ち、分離工程は、通常は一連の操作の中の一工程として採用されていることが多く、系自体が単純系でなく複雑な系である場合である。例えば抽料から溶剤を用いて抽質を抽出し得られた抽出液を更に清澄化するには、多くの場合、抽出液には抽出剤や中和剤によって生成した微細な不溶性塩類が懸濁しているので通常の清澄化手段では分離が不十分であった。これは、このような不溶性塩類は微細なだけでなく、水和状態を呈しており沈降速度が遅いことによる。

【0006】本発明は、上記従来技術の問題点に鑑み、懸濁物を液体から効率よく分離するための清澄化改良法を提供するものである。

【0007】

【課題を解決するための手段】本発明者らは、上記問題

点を解決するために研究を重ねたところ、不溶性化合物を懸濁する液体を清澄化処理前あるいは処理中に高圧処理すると、不溶性塩類複合物等が解離、再結合または凝集して、沈澱物を生じやすくなるため、液固分離が容易になり、溶液が高度に清澄化しうることを見出して本発明を完成するに至った。

【0008】即ち、本発明は、不溶性化合物の懸濁液からろ過または沈降分離により懸濁物を分離する懸濁液の清澄化処理において、懸濁物分離前あるいは分離中に懸濁液を高圧処理することにより分離効率を向上させることを特徴とする懸濁液清澄化改良法である。本発明によれば、従来技術では極めて分離しにくかった微細な不溶性化合物を効率良く分離回収又は除去可能となる。従って、固体又は液体の有用物質の回収、濃縮、精製等を効果的に実施し得る。

【0009】以下、本発明を詳述する。

【0010】本発明において、処理の対象とする「不溶性化合物の懸濁液」とは、懸濁性を有する液体分散媒中に微細な不溶性化合物が懸濁している懸濁液をいい、液体を回収目的とするものと固体を回収目的とするものの両者を含む。又、この懸濁液は製品製造工程中のどの段階で得られるものであってもよく、又その製品製造工程のいかんを問わない。例えば、動植物体等からの特定成分抽出後の中和液、蛋白質等の加水分解後の中和液、糖のアルカリ異性化後の中和液、乳ホエーの中和液等、目的成分含有の各種中和液、この他、各種排水、更に一度分級、分離処理が施された各種処理液、微生物菌体破砕液等を挙げることができる。

【0011】ここに「不溶性化合物」とは、懸濁質として液中に分散する一種以上の固体化合物である。分散状態を呈する固体化合物であれば形状、大きさ、形態等は基本的に限定されないが、本発明の目的を鑑みれば、微細なものであつてかつ沈降速度の小さい、従来技術では充分、分離し得ないものが好適である。

【0012】更に、本発明において有効な分離効果が認められる懸濁質は、ある構造性を有するものである。本発明による分離効果は後述する高圧処理の作用によりもたらされるが、懸濁質の種類により高圧下での挙動に差異があり、同一の効果を奏さないことが判明した。これは、懸濁質の粒径や形状という特性で規定されるよりは、高圧下で活性化し得る化学構造が否かで規定されるようである。即ち、高圧下で懸濁質である粒子が解離、再結合又は凝集等の挙動を示すものは、それにより粒径や沈降速度が変化するため、その後の分離を容易化し得る。どのような構造が関与しているのかは明らかではない。本発明者らによれば、特に不溶性塩類複合物に対しては高圧処理による分離効果が大きかった。但し、通常、分散系は多様な成分により構成される複雑な系であることが多く、高圧処理による効果も複数成分間の相互作用等によるところも無視できないため、懸濁質を不溶

性塩類複合物のみに限定するものではない。換言すれば、高圧下で解離、再結合又は凝集し得る微粒子群を含有する懸濁質に対して、本発明を適用できる。

【0013】高圧下で溶解性が変化する不溶性塩としてクエン酸カルシウム、乳酸カルシウム、リン酸カルシウム等を挙げることができる。一方、有機物の抽出液を中和した場合等、系自体が複雑な場合は、中和により生ずる不溶性塩類は複合体を形成しており、その挙動も一様ではないが、高圧下で解離、再結合又は凝集を起す性質があることを見出した。この理由は、明らかではないが水の構造の変化のためと考えられる。上記複合体は微細である上、水和しているため沈降速度が小さく、このため従来の機械的分離操作だけでは分離が不十分にならざるを得なかったものである。

【0014】上記不溶性塩類複合体は、広く、塩生成が介在する不溶性化合物を意味する。例えば、多糖類抽出液や菌体抽出液又はその中和液等の有機物の抽出液やその中和液、微生物培養液等を挙げることができる。更に具体例を挙げれば、植物体からヘミセルロース、ペクチン、カラギーナン等の水溶性繊維やその他の水溶性物質の抽出液、その中和液、あるいはそれらの濃縮、脱塩液等である。これらは中和塩と蛋白質、糖類、その他金属イオン等による複合体を懸濁質として含有している。複合体は高圧処理により互いに結合し凝集し、又は解離し更に再結合する。この過程で、他に存在する不溶性物質と一緒に取り込み結合、凝集するため、懸濁液中には複合体以外に多様な不溶性物質が共存していてもよい。

【0015】懸濁液中の懸濁質の濃度は特に限定されない。

【0016】又、高圧下において複合体の成長等が起るため、懸濁液に成長核となるべき塩類等を新たに添加し、懸濁液中にある分離目的物質と複合体を形成させ、分離を促進させることもできる。従って、pHが酸性側又はアルカリ側にある懸濁液を中和させる操作や、すでに存在する塩類に別の塩を添加しイオン交換を行う操作等が包含される。

【0017】懸濁液のpH等は分離目的とする不溶性化合物に応じて適宜設定すればよい。次に、本発明において「ろ過または沈降分離」とは、多孔性物質により固相分を物理的に捕捉するものと及び重力場または遠心力場における粒子の沈降現象を利用するものを含む公知の液固分離操作のすべてを意味する。従って、本発明はすべての液固分離装置において適用し得る。具体的装置名を挙げれば、クラリファイアー、セパレーター、プレスフィルター、マイクロフィルター等の装置を例示し得る。これら装置は天然植物や微生物より多糖類を抽出した水溶液等を清澄化する方法として用いられる。

【0018】本発明においては、清澄化処理前あるいは処理中に、懸濁液を高圧処理することの特徴とする。但し、高圧処理前に副次的に清澄化処理を実施したり、そ

他の工程を介在させ、あるいは高圧処理後に固液分離等の処理をする等、必要によりその他の工程を取り入れることができる。例えば、植物体から抽出した多糖類抽出液を清澄化する場合は、抽出時に高圧処理を施し、得られた液を濃縮、脱塩したものを、本発明の対象とすると清澄化の効果は更に向上する。

【0019】「高圧処理」とは、所定の圧力を被処理物に対し付与することを主目的とする処理をいうが、圧力の大きさは分散媒、懸濁質の種類、目的とする分離成分により異なるので、事前の試験により設定しておく。高圧処理の圧力条件は通常、清澄化処理における分離効率に対して臨界条件的意義があるので、目的に応じて適正範囲を容易に設定できる。通常、300MPa（静水圧）以上の圧力が好ましい。更に好ましくは500MPa以上である。300MPaより小さい圧力では複合体の解離、再結合、凝集化が十分に起らず清澄化処理において分離効率の向上が十分に図れない。一方、圧力の上限は効果の点からは明確に定めることを要しないが、装置の構造等を考慮すれば1000MPa以上の圧力とすることにより実用性はない。

【0020】高圧処理時間は圧力と同様、抽質等により適宜設定されるものであるが、概ね10～30分間程度が好ましい。ここで処理時間とは所定の圧力に達した後、その圧力が維持される時間をいう。時間が短ければ効果が充分でなく、又長すぎても効果の向上は認められない。高圧処理を行う具体的手段としては高圧が達成できるものであればその形状、方式も問わないが、例えば、冷間等方圧加圧装置などによって行い得る。又、高圧処理時の懸濁液の温度は比較的高い方がよいが、通常概ね40～60℃程度である。

【0021】以上説明した高圧処理を介在させる清澄化処理によれば、懸濁質の分離効率を高圧処理を実施しない従来法に比べ大幅に向上させることができる。更に、目的物質の物性上の損失はまったく認められない。ここに向上させるとは、相対評価において向上することを意味する。又、分離効率とは、一般に固液分離の場合、固体が沈澱層に移行する割合で定義される値であるが、本発明においては懸濁液を処理対象としているため、分離効率の一つの指標として液の濁度により表示することが可能である。具体的処理対象、処理条件等により異なるが、本発明によれば、液の濁度は1/5～1/2程度に低減する。なお、液の濁度は、例えば白濁液の場合には660nmにおける吸光度等により測定し得る。又、懸濁質分離除去後の溶液の灰分含量によっても評価することができる。不溶性灰分は、溶液の濁りの原因の一つであり、この溶解、あるいは解離・再結合・凝集作用により分離効率の上昇等の効果を評価できるからである。

【0022】

【実施例】以下、実施例により本発明をさらに説明する。

実施例1

脱脂米ヌカより、2%水酸化カルシウムを用いて抽出し、濃縮、脱塩して得られたアラビノキシラン抽出液を塩酸にて中和した中和液（固形分量3.5%、乾燥重量当り灰分16.9%）100gを、耐圧容器に収納し冷間等圧圧加圧装置（三菱重工業製、MCT-150S）にかけ、800MPaで60分間（50℃）高压処理を施したところ、沈澱物が生じ、清澄な溶液と2層に分離した。本処理液を3000rpmで20分間遠心分離したところ上澄液は清澄化し、これを回収し清澄液98gを得た。10
又、比較例として、上記高压処理を施さないものの清澄*

*液を得た。

【0023】得られた清澄液中のアラビノキシラン濃度はブリックス度と相関が高いことが判っているので、便宜上、抽出液のブリックス度を測定し、これをアラビノキシランの指標とした。ブリックス度1%はアラビノキシラン0.9%に相当する。清澄の程度は660nmにおける吸光度で表した。又、製品中の灰分を清澄液を凍結乾燥し測定した（乾物重量基準）。これらの測定結果を表1に示す。

【0024】

【表1】

	処理後の濁度 (OD 660nm)	製品中の灰分	処理後のBrix
未処理	1.94	13.2%	2.7%
高压処理	0.65	9.9%	2.8%

表1から明らかなように、高压処理により、遠心後の上澄は固形分量はほとんど変化しないが清澄化し、製品中の灰分も減少した。即ち、遠心分離除去しにくい不溶性の塩類は、高压処理により解離・再結合・凝集をおこし、遠心分離が容易となった。一方、高压処理しないものは白濁していた。

実施例2

多糖類を生産するケフィール粒（乳酸菌と酵母の混合菌塊）を脱脂乳培地にて24時間培養後、ケフィール粒を分取し、1%水酸化カルシウムで微生物多糖類を抽出分離し酢酸で中和し中和液100gを得た（固形分量2g）。水溶液を実施例1の要領で700MPaで30分間高压処理したところ、抽出液が沈澱部と清澄液の2層に分離し、これを5000rpmで10分間遠心分離したところ、上澄液は清澄化した。上澄液90gを回収し660nmの吸光度で表した濁度は0.78であった。

【0025】一方、上記高压処理を施さないで得た上澄液は、乳酸、培地成分、中和塩の錯塩等で白濁し、この濁度は2.35であり、高压処理液では濁度が約1/3になっていた。

実施例3

培地である米ヌカとバガスを含むシイタケの人工培養物より2%水酸化カルシウムで多糖類を抽出し、酢酸にてpH4にし、可溶性蛋白質を酸沈澱させた。沈澱物を除去後、水酸化ナトリウムでpHを7に調整し溶液100gを得た（固形分10g）。実施例1の要領で本溶液を800MPaで30分間高压処理したところ、抽出液が沈澱部と清澄液の2層に分離し、これを3000rpmで20分間遠心分離したところ上澄液は清澄化した。上澄液85gを回収し660nmの吸光度で表した濁度は0.88

であった。

【0026】一方、上記高压処理を施さないで得た上澄液は、不溶性蛋白質、培地成分、中和塩の複合体等で白濁し、この濁度は2.83であり、高压処理液では濁度が約1/3になっていた。

実施例4

脱脂乳20kgに、0.5M乳酸溶液約4.5kgを攪拌しながら添加し、pH4.5になるまで調整した後、55℃で15分間静置した。次に、ろ紙（ワットマンろ紙NO.41）にてカードとホエーとに分け、酸性ホエー約16kgを得た。次に、酸性ホエーを20%水酸化ナトリウム溶液にて、pH7.0に調整した。酸性ホエーの中和液は、不溶性の塩類（主にリン酸カルシウム）で白濁していた。この中和液500gを、実施例1の要領で500MPaで30分間処理したところ、中和液が沈澱部と清澄液の2層に分離した。これを、5000rpmで20分間遠心分離したところ、不溶性塩類含水物が約10g回収できた。

【0027】一方、高压処理を実施しなかった酸性ホエーの中和液を同様に遠心分離したところ、沈澱部は約6gしか回収できず上澄は濁っていた。

【0028】

【発明の効果】以上説明したように、高压処理を施すことにより、懸濁液、特に不溶性塩類複合物を懸濁する有用物質を清澄化する際の効率を向上させることができる。本発明の処理法は、特に天然植物や微生物等より多糖類を抽出し、粗抽出液を遠心分離もしくはフィルター濾過する清澄化工程に用いられ、分離しにくい微細な塩類懸濁物質を解離、再結合または凝集させ得るので、分離効率を向上させ清澄化することができる。